# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-080952

(43)Date of publication of application: 26.03.1999

(51)Int.Cl.

C23C 14/54

C23C 14/08

(21)Application number: 09-245188

(71)Applicant: CHUGAI RO CO LTD

(22)Date of filing:

10.09.1997

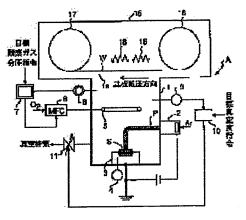
(72)Inventor: SHINTANI MASANORI

## (54) ACTIVATING REACTION VAPOR DEPOSITION METHOD FOR OXIDE THIN FILM

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a activating reaction vapor depositing method for oxide thin film capable of stably obtaining thin film over a long time.

SOLUTION: In a activating reaction vapor depositing method in which a pressure gradient type plasma gun 2 is used to form oxide thin film on a substrate W, the degree of vacuum in a treating chamber is detected, and the exhausting rate from the treating chamber is controlled so as to make the detected value equal to the set value. Furthermore, the partial pressure of oxygen in the treating chamber is detected, and the amt. of oxygen to be introduced into the treating chamber is controlled so as to make the detected value equal to the set value.

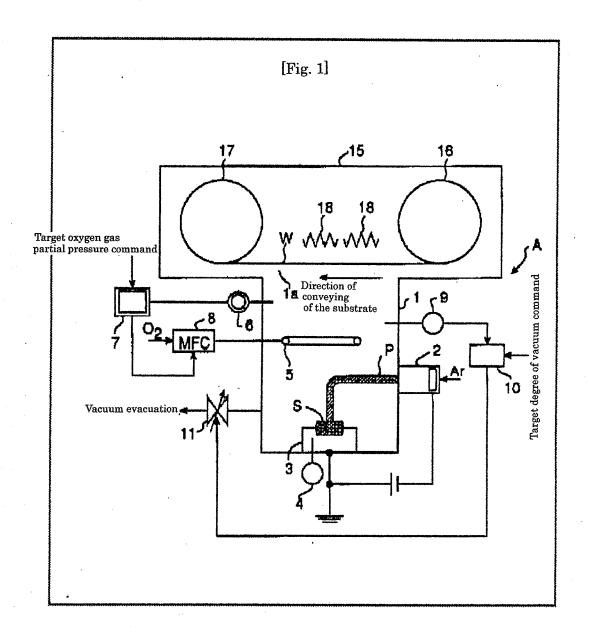


Partial translation of JP 11-80952A: paragraph 0005 to paragraph 0006 (page 2), and Fig. 1 (page 3)

## [0005]

[Preferred Embodiment of the Invention] Next, a preferred embodiment of the present invention will be explained with reference to Fig. In the figure, the film making apparatus A is composed of a first processing chamber 1 for heating and evaporating the vapor deposition material S and a second processing chamber 15 for storing the substrate. On the side wall of said first processing chamber 1 is provided a known pressure gradient plasma gun 2, and at the bottom is installed a crucible 3 storing the vapor deposition material S at the upper part. And, this crucible 3 moves alternately, by means of a drive unit 4, in the prescribed range from upstream to downstream and from downstream to upstream of the direction in which the substrate W in the shape of a film described below is conveyed. Moreover, in said first processing chamber 1 is provided an oxygen gas feed nozzle 5, and it is so arranged that the partial pressure of oxygen gas in the first processing chamber 1 is measured by a mass spectrometer 6, the difference between that oxygen gas partial pressure signal and the target oxygen gas partial pressure command set in advance is calculated by the oxygen gas flow rate computing unit 7, and a prescribed volume of oxygen gas is controlled and supplied, through said oxygen gas feed nozzle 5, into the first processing chamber 1 by the mass flow controller 8, so that the partial pressure of oxygen gas in the first processing chamber 1 may be adjusted to the prescribed value.

[0006] Furthermore, the degree of vacuum in the first processing chamber 1 is measured by the vacuum gauge 9, and this degree of vacuum signal is input in the pressure computing unit 10, where it is compared with the target oxygen gas partial pressure command set in advance and, based on that difference, the pressure control valve 11 works to control the degree of vacuum in the first processing chamber 1 to the prescribed value.



### (19)日本国特許庁 (JP)

14/08

## (12) 公開特許公報(A)

## (11)特許出願公開番号

# 特開平11-80952

(43)公開日 平成11年(1999) 3月26日

(51) Int.Cl.6 C23C 14/54

識別記号

FΙ

C23C 14/54

В

14/08

Z

## 審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 4 頁)

(21)出願番号

(22)出願日

特願平9-245188

平成9年(1997)9月10日

(71)出願人 000211123

中外炉工業株式会社

大阪府大阪市西区京町堀2丁目4番7号

(72)発明者 新谷 昌徳

大阪府大阪市西区京町堀2丁目4番7号

中外炉工業株式会社内

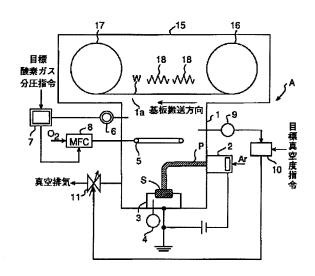
(74)代理人 弁理士 青山 葆 (外3名)

# (54) 【発明の名称】 酸化物薄膜の活性化反応蒸着法

### (57)【要約】

【課題】 長時間にわたって安定した薄膜を得る酸化物 薄膜の活性化反応蒸着法を提供する。

【解決手段】 圧力勾配型プラズマガン2を使用して基 板Wに酸化薄膜を形成する活性化反応蒸着法において、 処理室内の真空度を検出し、この検出値が設定値と等し くなるように処理室からの排気速度を制御する。また、 処理室内の素分圧を検出し、この検出値が設定値と等し くなるように処理室内への酸素導入量を制御する。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 圧力勾配型プラズマガンを使用して基板 に酸化薄膜を形成する活性化反応蒸着法において、処理 室内の真空度を検出し、この検出値が設定値と等しくな るように処理室からの排気速度を制御する一方、処理室 内の酸素分圧を検出し、この検出値が設定値と等しくな るように処理室内への酸素導入量を制御することを特徴 とする酸化物薄膜の活性化反応蒸着法。

### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ITO膜やMgO 膜などの酸化物薄膜の活性化反応蒸着法、詳しくは圧力 勾配型プラズマガンを使用する活性化反応蒸着法により 基板に酸化物膜を成膜する際の成膜制御法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】液晶あるいはタッチパネル等に使用され るITO膜や、AC型プラズマディスプレイに使用され るMgO膜は、その普及に伴って高性能化の要求が高ま っており、さらには高安定生産化が強く望まれている。 従来、ITO膜やMgO膜などの酸化物薄膜を基板等に 成膜するには、電子ビームを利用した真空蒸着法、スパ ッタリング法、あるいは圧力勾配型プラズマガンを使用 する活性化反応蒸着法などのドライプロセスによる成膜 法が一般的に行なわれている。この際、成膜中に酸化物 蒸着材料やその蒸発粒子から離脱する酸素を補完した り、膜質を調整するために一定量の酸素を成膜室内に導 入するとともに、成膜された薄膜の結晶化度や結晶方位 をより安定化させる目的で、真空ポンプによる排気速度 をその排気口側に設けられた圧力制御用バルブの開度を 調整し、成膜中の成膜室圧力を一定にするようにしてい る。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、成膜中 に酸化物蒸着材料やその蒸発粒子から離脱する酸素を補 完したり、膜質を調整するために一定量の酸素を導入す る場合においては、酸化物蒸着材料自身や成膜室内部の 各所に吸着または各所より離脱する酸素量の変動によ り、成膜中における成膜室内部の酸素量が変動し、この 結果、成膜室内の酸素分圧が変動することとなり、安定 した膜性能を得ることが難しいという問題点を有してい た。たとえば、ITOの成膜では、成膜室内の酸素分圧 が変動すると、成膜された膜の比抵抗や透過率が変動す ることが広く知られている。また、MgOの成膜では成 膜室内の酸素分圧が変動すると、成膜された膜の結晶化 度や結晶方位が変動することも知られている。特に、圧 力勾配型プラズマガンを利用して酸化物蒸着材料が設置 されたるつぼを動かしながら長時間の成膜を成膜室内に 一定量の酸素を供給し、かつ、成膜室圧力の制御を行な わず実施する場合においては、成膜室内部の酸素量の変 動が著しいため、図2に示すように成膜室内の酸素分圧

が安定せず、よって安定した膜性能を得ることが難しいのみならず、図3に示すように成膜室の圧力も著しく変動するために、成膜速度も大きく変動するとの知見を得た。また、成膜中の成膜室圧力が一定になるように、真空ポンプによる排気速度をその排気口側に設けられた圧力制御用バルブの開度を調整することにより制御する場合においても、成膜中の成膜室圧力の変動が酸素分圧の変動のみに起因しないため、図4に示すように成膜室内の酸素分圧が変動することとなり、安定した膜性能を得ることが難しいという問題点を有していた。本発明は前記問題点を解決し、長時間にわたって安定した膜性能を得ることのできる酸化物薄膜の成膜制御法を提供することを目的としている。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明は前記目的を達成するために、圧力勾配型プラズマガンを使用して基板に酸化薄膜を形成する活性化反応蒸着法において、処理室内の真空度を検出し、この検出値が設定値と等しくなるように処理室からの排気速度を制御する一方、処理室内の酸素分圧を検出し、この検出値が設定値と等しくなるように処理室内への酸素導入量を制御するものである。

#### [0005]

【発明の実施の形態】つぎに、本発明の実施の形態を図 1にしたがって説明する。図において、成膜装置Aは、 蒸着材料Sを加熱蒸発させる第1処理室1と基板を収容 する第2処理室15とからなり、前記第1処理室1の側 壁には公知の圧力勾配型プラズマガン2を備え、底部に は上部に蒸着材料Sを収納したるつぼ3が設置されてい る。そして、このるつぼ3は下記するフィルム状基板W の搬送方向上流から下流へ、下流から上流へ所定区間を 駆動装置4により往復移動する。また、前記第1処理室 1内は酸素ガス供給ノズル5が設けられており、第1処 理室1内の酸素ガス分圧が質量分析計6で計測され、そ の酸素ガス分圧信号とあらかじめ設定されている目標酸 素ガス分圧指令との差を酸素ガス流量演算器7で計算 し、マスフローコントローラ8により第1処理室1内の 酸素ガス分圧が所定値となるように前記酸素ガス供給ノ ズル5から所定量の酸素ガスから第1処理室1内へ制御 供給されるようになっている。

【0006】さらに、第1処理室1内の真空度は真空計9により計測され、この真空度信号は圧力演算器10に入力され、ここであらかじめ設定されている目標真空度指令と比較され、その差にもとづき圧力制御バルブ11が作動して第1処理室1内の真空度を所定値に制御するようになっている。

【0007】前記第2処理室15は前記第1処理室1の 上方に開口1aを介して設けたもので、この第2処理室 15の内部にはフィルム状基板Wの送り出しロール16 と巻き取りロール17が配設されるとともに、両ロール 16,17間にヒータ18が配設されている。

【0008】以上の構成において、前記圧力勾配型プラ ズマガン2を作動させてプラズマビームPをるつぼ3の 蒸着材料Sに集束させる。るつぼ3は長時間の成膜に適 応できるように多量の蒸着材料Sが収納されており、駆 動装置4によってフィルム状基板Wの搬送進行方向上流 から下流へ、下流から上流へと連続的に所定区間往復移 動する。そして前記プラズマビームPで加熱・蒸発した 蒸着材料Sはこの過程で自身の酸素を一部離脱させなが ら酸素ガス供給ノズル5から供給される酸素ガスとも反 応し、フィルム状基板Wに酸化膜を形成する。この際、 質量分析計6は前記第1処理室1内の酸素ガス分圧を常 時計測して、その酸素ガス分圧信号を前記酸素ガス流量 演算器7に送る。酸素ガス流量演算器7にはあらかじめ 設定されている目標酸素ガス分圧指令と質量分析計6か らの酸素ガス分圧信号との差を演算して酸素ガス供給量 を算出し、これを酸素ガス供給量信号としてマスフロー コントローラ8に出力し、当該マスフローコントローラ 8はこの酸素ガス供給量信号を受けて、その供給量を酸 素ガス供給ノズル5へ安定的に供給する。

【0009】一方、真空計9は前記第1処理室1内の真空度を常時計測して、その真空度信号を前記圧力演算器10に送る。当該圧力演算器10はあらかじめ設定されている目標真空度指令と真空計9からの真空度信号との差を演算してバルブ開度信号を算出し、これを圧力制御バルブ11に出力する。そして当該圧力制御バルブ11はこのバルブ開度信号を受けて動作し、前記第1処理室

 1内の真空度を目標値に導く。

#### [0010]

【発明の効果】以上の説明で明らかなように、本発明によれば、第1処理室内の酸素ガス分圧と真空度を別個に計測して制御するため、酸化物蒸着材料自身や蒸発粒子から離脱する酸素量や成膜室内部の各所に吸着した酸素の成膜中における離脱量が変動しても、成膜中は常に前記第1処理室内の酸素ガス分圧は一定となり、さらに成膜中は常に前記第1処理室内の圧力も一定となるため、成膜速度の変動も発生することなく長時間にわたって安定した膜性能を得ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明を実施するための成膜装置の概略図。

【図2】 成膜室での真空度と酸素ガス分圧との関係を示すグラフ。

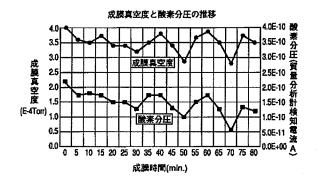
【図3】 成膜室での真空度と成膜速度との関係を示す グラフ。

【図4】 成膜室での真空度と酸素ガス分圧との関係を示すグラフ。

#### 【符号の説明】

1…第1処理室、2…圧力勾配型プラズマガン、3…るつぼ、5…酸素ガス供給ノズル、6…質量分析計、7…酸素ガス流量演算器、9…真空計、10…圧力演算器、11…圧力制御バルブ、15…第2処理室、W…フィルム状基板。

【図2】



【図3】

【図4】

